

**Uji feri sulfat-asam sulfat untk^u
deteksi kerentanan terhadap korosi
antar butir pada baja tahan karat
austenitik**

Pendahuluan

Standar Uji Feri Sulfat-Asam Sulfat untuk Deteksi Kerentanan terhadap Korosi Antar Baja Tahan Karat Austenit disusun dalam rangka menunjang Program Industrial Restructuring Project untuk tahun anggaran 1991/1992.

Adapun disusunnya Standar ini karena adanya keterkaitan dengan Standar Industri yang telah ditetapkan.

Standar ini telah dibahas dalam rapat teknis, prakonsensus tanggal 28 September 1991 dan terakhir dirumuskan dalam rapat konsensus Nasional pada tanggal 24 Desember 1991 di Balai Besar Bahan dan Barang Teknik.

Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari Produsen, Perguruan Tinggi, Lembaga Ilmu Pengetahuan serta instansi Pemerintah terkait.

Sebagai acuan diambil dari :

ASTM A 262-1987 : Standard Practices for Detecting
Susceptibility To Intergranular
Attack In Austenitic Stainless
Steels.

JIS G 0572-1984 : Method of Ferric Sulfate-Sulferic
Acid Test for STainless Steels.

UJI FERI SULFAT-ASAM SULFAT
UNTUK DETEKSI KERENTANAN TERHADAP KOROSI
ANTAR BUTIR PADA BAJA TAHAN KARAT AUSTENITIK

1. Ruang Lingkup :

Standar ini meliputi uji pemilahan cepat, cara uji, perhitungan dan laporan.

1.1. Cara uji feri sulfat-asam sulfat 50 % mendidih selama 120 jam untuk mengukur kerentanan baja tahan karat austenit terhadap korosi antar butir. Ada atau tidaknya korosi antar butir dalam uji ini bukan merupakan ukuran karakteristik bahan dalam lingkungan korosif lain secara khusus. Cara ini tidak dapat digunakan untuk meramalkan ketahanan terhadap korosi jenis lain (korosi merata, sumuran, korosi tegang retak/stress-corrosion cracking) selain korosi antar butir.

Uji feri sulfat-asam sulfat mendeteksi kerentanan korosi antar butir yang dikaitkan dengan pengendapan krom karbida pada baja tahan karat austenit yang dimantapkan.

Uji ini tidak mendeteksi kerentanan korosi antar butir yang dikaitkan dengan pengendapan fasa sigma pada baja tahan karat Austenit yang mengandung Molibden seperti tipe 316, 316L, 317 dan 317L.

Catatan :

Untuk mendeteksi kerentanan korosi antar butir yang dikaitkan dengan fasa sigma pada baja tahan karat austenit yang mengandung Molobden harus digunakan uji asam nitrat JIS.G.0573-1980, uji asam nitrat untuk deteksi kerentanan terhadap korosi antar butir baja tahan karat austenit).

1.2. Dalam baja tahan karat yang dimantapkan, tipe 321 (dan mungkin 347) uji feri sulfat-asam sulfat mendeteksi kerentanant terhadap korosi antar butir dikaitkan dengan pengendapan krom karbida dan dengan fasa sigma yang mungkin terlihat dalam struktur mikro.

1.3. Uji feri sulfat-asam sulfat ini dapat digunakan untuk menilai apakah perlakuan panas yang diberikan sesuai dengan spesifikasi bahan yang diterima. Uji ini dapat juga digunakan untuk memeriksa keefektifan unsur-unsur pemantap seperti Colombium dan Titanium dan pengurangan kadar karbon dalam usaha pencegahan terhadap kerentan korosi antar butir. Uji ini dapat diterapkan pada produk-produk Wrought (termasuk pipa-pipa) Coran dan logam las.

1.4. Benda uji dengan kandungan karbon sangat rendah dan benda uji dengan kualitas yang dimantapkan diuji setelah perlakuan panas sensitisasi pada $650^{\circ} - 675^{\circ} \text{C}$.

Pada rentang suhu ini terjadi pengendapan karbida yang maksimum. Lamanya waktu pemanasan yang digunakan untuk melakukan sensitisasi menentukan laju korosi maksimum yang diijinkan untuk kualitas tersebut dalam uji feri sulfat-asam sulfat.

Perlakuan panas sensitisasi yang umum digunakan adalah 1 jam pada 675°C .

2. Uji Pemilahan Cepat (Rapid Screening Test)

2.1. Sebelum diuji feri sulfat-asam sulfat benda uji baja tahan karat dengan kualitas tertentu (lihat

tabel) dapat dilakukan uji pemilahan cepat sesuai dengan SNI, cara uji klasifikasi struktur baja tahan karat austenit dengan asam oksalat 10 % . Evaluasi struktur etsa dihubungkan dengan uji feri sulfat-asam sulfat dirinci pada tabel tersebut.

2.2. Benda uji korosi yang dietsa dalam asam oksalat yang struktur etsanya dapat diterima pada uji hakekatnya bebas dari korosi antar butir dalam uji feri sulfat-asam sulfat, jadi benda uji yang demikian dapat diterima tanpa uji feri sulfat-asam sulfat. Sedangkan semua benda uji yang struktur etsanya tidak dapat diterima harus diuji dalam feri sulfat - asam sulfat.

3. CARA UJI

3.1. Peralatan Uji (lihat gambar)

3.1.1. Wadah Uji.

- kondensor sohlet 45/50, dengan 4 bola
- labu erlenmeyer 1 liter
- batu didih

3.1.2. Pemanas

Pemanas listrik yang dapat menjaga larutan uji mendidih terus menerus.

3.1.3. Neraca analitik dengan ketelitian 0,001 gram.

3.1.4. Gelas penyangga benda uji.

Benda uji diletakkan dalam gelas penyangga yang memiliki ukuran lebih kecil dari leher erlenmeyer dan mempunyai lubang untuk sirkulasi larutan uji.

Catatan :

Peralatan yang digunakan harus sesuai dengan persyaratan di atas, erlenmeyer dan kondensor tipe jari tidak dapat digunakan.

3.2. Larutan Uji :

600 ml larutan asam sulfat (H_2SO_4) 50 % (49,4 % - 50,7 %) disiapkan sebagai berikut :

- Ukur 400,0 ml air suling dengan gelas ukur 500 ml dan tuangkan kedalam erlenmeyer.
- Ukur 236,0 ml H_2SO_4 (95,0 - 98,0 % berat) dalam gelas ukur 250 ml. Tambahkan asam perlahan-lahan kedalam air dalam labu erlenmeyer, untuk mencegah pendidihan akibat panas yang berlebih.
- Timbang 25 gram ferri sulfat (mengandung 75 % $Fe_2(SO_4)_3$ dan tambahkan ke dalam larutan asam sulfat.
- Masukkan batu didih kedalam labu erlenmeyer. Oleskan gemuk silikon (silicon grease) disekitar ujung kondensor sebelum kondensor dihubungkan dengan erlenmeyer.
- Hubungkan kondensor dengan erlenmeyer, dan alirkan air pendingin.
- Didihkan larutan sampai ferri sulfat larut.

Perhatian :- Lindungi mata dan gunakan sarung tangan karet ketika membuat larutan asam. Pengerjaan dilakukan dalam ruang asam.

- Pendidihan yang berlebihan akan menghasilkan cipratan asam, penting untuk menjamin bahwa konsentrasi asam tidak berubah, hal ini dapat diatasi dengan penambahan batu didih.

3.3. Persiapan Benda Uji :

3.3.1. Luas total permukaan benda uji yang disarankan 5 - 20 cm².

Benda uji yang ada lasan harus dipotong sehingga lebar logam induk dikedua sisi las tidak lebih dari 13 mm.

3.3.2. Maksud pengujian ini adalah mengusahakan benda uji semirip mungkin dengan kondisi permukaan material dalam penggunaan. Hanya benda uji yang memiliki permukaan dengan kehalusan/kebersihan yang sesuai dengan standar tertentu yang digunakan dan bebas dari bahan asing/pengotor. Untuk penampang yang besar benda uji harus dikerjakan dengan mesin agar mewakili permukaan yang memadai untuk suatu benda uji dalam pengujian.

Biasanya menghilangkan lebih banyak material daripada yang diperlukan akan kurang berpengaruh pada hasil uji. Akan tetapi dalam kasus khusus dari suatu permukaan yang terkarburisasi (kadang-kadang ditemukan pada pipa atau coran yang menggunakan pelumas atau perekat yang

mengandung karbon) diperbolehkan untuk menghilangkan lapisan karburisasi tersebut dengan penggerindaan atau pemesinan.

Jadi benda uji dengan perlakuan di atas tidak dapat diterima kecuali pada pengujian untuk mengetahui pengaruh permukaan yang terkarburisasi.

3.3.3. Bila benda uji dipotong dengan gunting, bekas guntingan dihilangkan dengan penggerindaan atau pemesinan sebelum pengujian.

3.3.4. Seluruh permukaan termasuk sisi-sisi dipoles dengan kertas ampelas No.80 atau 120. Apabila digunakan kertas ampelas kering pemolesan dilakukan perlahan-lahan untuk menghindari panas yang berlebih. Jangan gunakan semprot pasir (Sand Blast).

3.3.5. Semua kerak yang terbentuk selama perlakuan panas harus dihilangkan dengan sempurna. Kerak yang tidak dapat dihilangkan dengan gerinda misalnya dalam nomor stempel, harus dihilangkan dengan merendam benda uji dalam asam nitrat (HNO_3) pekat pada 93°C . Kerak oksida yang tersisa dapat menyebabkan reaksi galvanik dan mempengaruhi aktivasi larutan uji.

3.3.6. Semua permukaan benda uji yang berhubungan dengan larutan termasuk lubang-lubang harus dihitung sebagai permukaan total.

3.3.7. Benda uji kemudian dihilangkan lemaknya (degreasing dengan pelarut bebas khlor seperti

sabun atau aceton dan selanjutnya dikeringkan serta ditimbang dengan ketelitian 0,001 g.

3.4. Prosedur

3.4.1. Letakkan benda uji pada penyangga gelas dan celupkan dalam larutan mendidih.

3.4.2. Tandai batas cairan pada labu untuk mengamati kehilangan uap yang akan mempengaruhi konsentrasi asam. Apabila perubahan batas permukaan sangat besar, pengujian harus diulang dengan menggunakan larutan baru dan benda uji dibersihkan dan ditimbang kembali sesuai dengan butir 3.3.

3.4.3. Lanjutkan pencelupan benda uji untuk selama 120 jam total, kemudian angkat benda uji, cuci dalam air dan aceton, keringkan.

3.4.4. Timbang benda uji dan kurangkan dengan berat awal.

3.4.5. Pengujian dilaksanakan tanpa berhenti selama 120 jam dan larutan uji tidak diganti, tetapi apabila diinginkan hasil lebih awal, benda uji dapat diangkat kapan saja untuk penimbangan.

3.4.6. Apabila kehilangan berat melebihi 2 g penambahan inhibitor feri sulfat diperlukan. Laju korosi yang sangat tinggi, dapat ditunjukkan dari perubahan warna larutan.

3.4.7. Beberapa benda uji dapat diuji secara serentak. Jumlah benda uji (3 atau 4) hanya dibatasi oleh jumlah penyangga gelas yang dapat dipasang pada labu.

4. Perhitungan :

Pengaruh asam terhadap bahan, ditentukan dengan kehilangan berat benda uji untuk masing-masing periode uji dan total periode uji.

Laju korosi dihitung dengan rumus sbb :

$$\text{mm/bulan} = (25,4 \times 287 \times W) / (A \times d \times t)$$

dimana :

t = waktu uji, jam

A = luas permukaan total, cm^2

W = kehilangan berat, g

d = berat jenis contoh, g/cm^3

untuk baja kromium-nikel, $d = 7,9 \text{ g/cm}^3$

untuk baja kromium-nikel-molibdenum, $d = 8,0 \text{ g/cm}^3$

5. Laporan :

Hasil harus dilaporkan untuk masing-masing perioda, sebagai rata-rata dari 3 atau 5 perioda uji.

- 5.1. No. Contoh :
- 5.2. Bahan :
- 5.3. Dibuat untuk :
- 5.4. Contoh diterima tanggal :
- 5.5. Tanggal pengujian :
- 5.6. Metoda Uji :
- 5.7. Laju Korosi :
 - 1.
 - 2.
 - 3.
- 5.8. Nama Penguji :
- 5.9. Tanda Tangan/ Tanggal :

Tabel : Klasifikasi struktur etsa dengan asam oksalat, untuk uji lanjutan dengan asam sulfat-feri sulfat

Jenis	Struktur etsa yang diterima	struktur etsa yang tidak diterima
AISI 304	Struktur step, struktur rangkap (Dual) Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 304 L	Struktur step, struktur rangkap (Dual) Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 316	Struktur step, struktur rangkap (Dual) Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 316 L	Struktur step, struktur rangkap (Dual), Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 317	Struktur step, struktur rangkap (Dual) Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 317 L	Struktur step, struktur rangkap (Dual) Ujung butir tipe 1411 (End Grain 1411)	Struktur parit (Ditch)
AISI 321	tidak ada
ACI CF-3	Struktur step, struktur rangkap (Dual) kolam ferit terisolasi (Isolated Ferrite Pools)	Struktur parit (Ditch), parit Interdendrit (Interdenritic Ditches)
ACI CF - 8	Struktur step, struktur rangkap (Dual) kolam ferit terisolasi (Isolated Ferrite Pools)	Struktur parit (Ditch), parit Interdendrit (Interdenritic Ditches)
ACI CF-3M	Struktur step, struktur rangkap (Dual) kolam ferit terisolasi (Isolated Ferrite Pools)	Struktur parit (Ditch), parit Interdendrit (Interdenritic Ditches)
ACI CF -8M	Struktur step, struktur rangkap (Dual) kolam ferit terisolasi (Isolated Ferrite Pools)	Struktur parit (Ditch), parit Interdendrit (Interdenritic Ditches)

Catatan :

- Untuk jenis AISI 321 dan 347 tidak dapat diuji etsa asam oksalat karena mengandung fasa sigma yang tidak terlihat dalam mikrostrukturnya, tapi akan menghasilkan laju-korosi yang cepat dalam uji feri sulfat asam sulfat.
- Untuk struktur etsa yang tidak diterima harus diuji etsa asam sulfat- feri sulfat.

